

A 9

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

(11) N° de publication : **2 678 632**
(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

(21) N° d'enregistrement national : **91 08301**

(51) Int Cl⁵ : C 11 B 7/00, 1/04; A 23 L 1/30; A 61 K 35/78

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 03.07.91.

(30) Priorité :

(71) Demandeur(s) : LABORATOIRES PHARMASCIENCE
Société Anonyme — FR.

(43) Date de la mise à disposition du public de la demande : 08.01.93 Bulletin 93/01.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de recherche : Se reporter à la fin du présent fascicule.

(60) Références à d'autres documents nationaux apparentés :

(72) Inventeur(s) : Rancurel Alain.

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire : Cabinet Régimbeau Martin Schrimpf
Warcolin Ahner.

(54) Procédé de préparation de l'insaponifiable d'avocat permettant d'améliorer sa teneur en l'une de ses fractions dite H.

(57) L'invention concerne un procédé de préparation de l'insaponifiable d'huile d'avocat à partir du fruit, caractérisé en ce que l'on sépare l'insaponifiable de l'huile d'avocat, et en ce que l'on améliore sa teneur en l'une de ses fractions dite H en effectuant le traitement thermique du fruit avant extraction de l'huile à une température de 80 °C à 120 °C pendant au moins quatre heures.

Elle concerne également l'insaponifiable obtenu par le procédé et les médicaments, cosmétiques et additifs alimentaires le contenant.

FR 2 678 632 - A1



L'invention a notamment pour objet un procédé de préparation de l'insaponifiable d'huile d'avocat, à partir du fruit permettant d'améliorer sa teneur en l'une des fractions dites H.

On a en effet constaté que la qualité de l'insaponifiable obtenue 5 pouvait varier en fonction de certains traitements, notamment de la matière première. C'est ainsi que pour obtenir un insaponifiable d'avocats riche en fraction H, la société déposante a mis au point le procédé qui fait l'objet de la présente invention.

La fraction H est celle qui :

10 - en chromatographie sur couche mince migre en tête avec un RF de 0,9,

- en chromatographie liquide haute pression sur silice est éluee en premier,

- apparaît majoritairement en chromatographie phase gazeuse.

15 Le procédé selon l'invention est caractérisé en ce que l'on sépare l'insaponifiable de l'huile d'avocat et en ce que l'on améliore la qualité de cet insaponifiable en effectuant le traitement thermique du fruit avant l'extraction de l'huile à une température de 80°C à 120°C pendant au moins quatre heures, avantageusement au moins 10 heures et de préférence 20 pendant 24 à 48 heures.

Compte tenu de ses propriétés correctives de certains désordres du tissu conjonctif (derme, parodonte, cartilage articulaire...), l'insaponifiable ainsi obtenu peut être utilisé à titre de principe actif dans le domaine pharmaceutique, cosmétique ou alimentaire, notamment pour 25 prévenir l'apparition du vieillissement cutané, de l'arthrose ou des parodontopathies. Cet insaponifiable utilisé régulièrement apporte un confort certain chez les personnes âgées en particulier.

L'insaponifiable est la fraction d'un corps gras qui après action prolongée d'une base alcaline, reste insoluble dans l'eau et peut être 30 extraite par un solvant organique. Cinq grands groupes de substances sont présentes dans la plupart des insaponifiables végétaux : hydrocarbures saturés ou insaturés, alcools aliphatiques ou terpéniques, stérols, tocophérols, pigments caroténoïdes et xantophyles.

La comparaison des teneurs en insaponifiables de différentes huiles végétales : soja, coton, noix de coco, olive et avocat montre un taux très important d'insaponifiable dans l'huile d'avocat obtenue par extraction par divers procédé dont celui de l'invention. Typiquement, les teneurs obtenues s'échelonnent de 2 à 7 % d'insaponifiable dans l'huile d'avocat contre 0,5 % dans l'huile de coco, 1% dans l'huile de soja, 1 % dans l'huile d'olive. Cette différence importante s'explique par la présence, dans l'insaponifiable d'avocat, de constituants que l'on ne retrouve généralement pas dans l'insaponifiable de nombreuses autres huiles végétales et qui, à eux seuls, représentent plus de 50 % de l'insaponifiable.

10 L'huile d'avocat est obtenue à partir des fruits par diverses méthodes :

15 - soit on presse la pulpe fraîche en présence d'un tiers corps fibreux absorbant l'eau tel la parche de café dans une presse à cage ou à scourtin, puis on sépare l'émulsion d'huile et d'eau obtenue par décantation ou centrifugation,

20 - soit on broie la pulpe fraîche, et on la met en contact avec un solvant adapté tel qu'un mélange méthanol-chloroforme, on récupère et on évapore la phase solvant,

25 - enfin, à sécher préalablement les fruits avant de les extraire à l'aide d'un solvant ou de les presser selon les procédés connus de l'homme de l'art.

L'huile ainsi obtenue contient d'une part, les triglycérides et d'autre part la fraction insaponifiable.

30 Plusieurs procédés ont été décrits pour extraire l'insaponifiable d'une huile végétale. Tous retiennent la saponification par la potasse ou la soude en milieu éthanolique, suivie d'une ou plusieurs extractions, soit par l'éther de pétrole, soit par l'éther éthylique, ou tout autre solvant approprié non miscible avec la solution hydroalcoolique.

Cependant l'opération précédente comme son nom l'indique, se traduit par la perte complète des triglycérides. C'est pourquoi on essaye dans la mesure du possible de récupérer les triglycérides en partie, en concentrant préalablement l'insaponifiable. Différentes méthodes peuvent 5 être utilisées : cristallisation par le froid, extraction liquide-liquide, distillation moléculaire, entraînement à la vapeur d'eau. La distillation moléculaire de l'huile présente de nombreux avantages.

Après ce traitement préalable, le concentrat ou distillat obtenu précédemment est saponifié de manière connue. L'insaponifiable est 10 ensuite extrait par un solvant approprié. La solution obtenue est lavée à l'eau pour éliminer les traces résiduelles d'alcalinité. Enfin, le solvant est évaporé soigneusement pour récupérer l'insaponifiable.

Le traitement thermique préalable selon la présente invention, permet d'obtenir un insaponifiable riche en fraction H, comparé à celui 15 obtenu par le procédé classique, soit déshydratation du fruit, extraction de l'huile, extraction de l'insaponifiable. Ainsi, le fruit déshydraté par lyophilisation conduit à un insaponifiable dépourvu de fraction H.

Selon l'invention, l'huile de fruit préalablement déshydratée et traitée thermiquement, de préférence pendant au moins 4 heures, 20 avantageusement 10 heures, à une température de 80-120°, ou déshydratée et traitée thermiquement en combinaison peut avoir entre 30 et 60 % de l'insaponifiable constitué de fraction H.

Le traitement thermique peut, comme on l'a indiqué, être précédé d'une déshydratation du fruit, mais de façon préférée, la 25 déshydratation est assurée pendant le traitement thermique.

L'invention a également pour objet l'insaponifiable d'avocat obtenu par le procédé décrit ci-dessus.

De façon générale, pour 100 g de pulpe fraîche, on obtient en moyenne entre 0,1 g et 1 g d'insaponifiable.

Compte tenu du fait que l'insaponifiable vise à entretenir un bon fonctionnement des cartilages osseux notamment pour les personnes d'un certain âge, il peut être intéressant de le formuler sous forme d'additif alimentaire à consommer soit seul soit introduit dans une préparation alimentaire.

Le procédé d'obtention de l'insaponifiable est illustré par l'exemple suivant :

Exemple 1 : Obtention de l'insaponifiable

10 100 g d'avocat coupé en lamelles de 5 mm d'épaisseur environ sont soumis aux opérations suivantes :

A - Séchage et traitement thermique

On place dans une étuve régulée à 80°C les fruits découpés 15 pendant 24 heures, puis les on les broie.

B - Extraction

La poudre obtenue à l'étape précédente est extraite.

Le tourteau est éliminé et la solution hexanique est évaporée 20 sous pression réduite.

On obtient 20 g d'huile d'avocat.

C - Distillation moléculaire

Dans la technique retenue, l'huile est étalée en couche mince sur 25 la surface chauffée d'un rotor conique tournant à grande vitesse. On maintient un vide poussé de l'ordre de 0,133 Pa dans l'enceinte de distillation.

Dans ces conditions, il y a évaporation et non pas ébullition, depuis la surface chaude, des constituants de l'insaponifiable dont la 30 séparation devient possible par rapport aux glycérides, l'avantage étant que l'huile et l'insaponifiable (ces produits étant réputés fragiles), ne sont pas

dégradés au cours de l'évaporation. Les températures de distillation sont de l'ordre de 180 à 230°. La concentration en insaponifiable du distillat peut atteindre 60 %. Le concentrat obtenu est ensuite traité par le procédé déjà décrit.

5

D - Saponification

50 g d'huile obtenue à l'étape B sont mélangés à 25 ml de potasse 12N, 100 ml d'éthanol et mis au reflux pendant 4 heures.

On ajoute 175 ml d'eau à la phase hydroalcoolique, puis on ajoute
10 175 ml de dichloroéthane et on agite, puis laisse décanter ; on récupère ensuite la phase organique on répète cette opération 5 à 6 fois. Les phases organiques sont réunies, lavées à l'eau et le solvant évaporé, on obtient ainsi 2 g d'insaponifiable. On pourra avantageusement pour une préparation industrielle, remplacer les étapes d'extraction en ampoule par
15 une extraction en continu dans un appareil d'extraction liquide-liquide en continu tel que colonne pulsée, mélangeur décanteur ou équivalents.

Essai comparatif

Des avocats coupés en lamelles de 5 mm d'épaisseur environ sont
20 soumis à une opération de lyophilisation. De la même façon qu'à l'étape B de l'exemple 1, le fruit séché est extrait. L'huile obtenue a été purifiée en vue de l'analyse par chromatographie sur couche mince (élution à l'hexane). Aucune trace de fraction H n'a été décelée lors de cette analyse.

25

30

REVENDICATIONS

1. Procédé de préparation de l'insaponifiable d'huile d'avocat à partir du fruit permettant d'améliorer sa teneur en l'une des fractions dites H, caractérisé en ce que l'on sépare l'insaponifiable de l'huile d'avocat, et 5 en ce que l'on améliore la qualité de cet insaponifiable en effectuant le traitement thermique du fruit avant extraction de l'huile à une température de 80°C à 120°C pendant au moins quatre heures.
- 10 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la séparation de l'insaponifiable est effectuée par distillation moléculaire partielle de l'insaponifiable à partir de l'huile, puis par saponification du distillat ou concentrat obtenu.
- 15 3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la séparation de l'insaponifiable est effectuée par distillation moléculaire à partir de l'huile.
- 15 4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le traitement thermique est précédé d'une déshydratation du fruit.
- 20 5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que la déshydratation est assurée pendant le traitement thermique.
- 20 6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que le traitement thermique dure au moins 4 heures, avantageusement 10 heures.
- 25 7. Fraction insaponifiable d'huile d'avocat obtenu selon le procédé de l'une des revendications 1 à 6.
- 25 8. Additif alimentaire contenant un produit à base d'insaponifiable d'huile d'avocat selon la revendication 7.
- 25 9. Médicament contenant un produit à base d'insaponifiable d'huile d'avocat selon la revendication 7.

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
nationalFR 9108301
FA 458842

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
X	PARFUMS, COSMETIQUES, AROMES no. 61, 1985, PARIS pages 91 - 95; A. RANCUREL: 'L'AVOCAT; SON HUILE ET SON INSAPONIFIABLE, UTILISATION COSMETIQUE' * page 92, colonne au milieu * * page 93, colonne de droite * * page 94, colonne de gauche *	1,2,5-7
Y	FR-A-2 653 974 (EXPANCHIMIE) * page 1, ligne 24 - page 2, ligne 7; revendications 1,6,8 * * page 4, ligne 1-5, ligne 12-29 * * page 5, ligne 10 - ligne 13 *	4,8,9
Y	GB-A-1 191 180 (LABORATOIRES LAROCHE NAVARRON) * page 1, ligne 21 - ligne 33; revendications 1,2,6 *	9
A	US-A-4 444 763 (R.H. DAVIS) * colonne 1, ligne 14 - ligne 16; revendications 1,2,4 * * colonne 1, ligne 67 - colonne 2, ligne 11 * * colonne 3, ligne 1-10, ligne 18-26 * * colonne 3, ligne 65 - colonne 4, ligne 2 * * colonne 4, ligne 65 - ligne 68 *	1,5,7,8
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
		C11B A23L
Date d'achèvement de la recherche 23 JANVIER 1992		Examinateur KANTIER D.T.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non écrite P : document intercalaire		
T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant		